

(19)



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets

(11) Veröffentlichungsnummer:

**0 403 917  
A1**

(12)

# **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(21) Anmeldenummer: 90111030.4

(51) Int. Cl.<sup>5</sup>: **C09D 17/00, C09B 67/20,  
C09C 3/10**

(22) Anmeldetag: 12.06.90

(30) Priorität: 21.06.89 DE 3920251

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
27.12.90 Patentblatt 90/52

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
CH DE DK ES FR GB IT LI

(71) Anmelder: **BASF Aktiengesellschaft**  
**Carl-Bosch-Strasse 38**  
**D-6700 Ludwigshafen(DE)**

(72) Erfinder: **Kurtz, Walter, Dr.**  
**Sonnenwendstrasse 73**  
**D-6702 Bad Duerkheim(DE)**  
Erfinder: **Muench, Karl**  
**Eichenstrasse 18**  
**D-6711 Beindersheim(DE)**  
Erfinder: **Kranz, Joachim, Dr.**  
**Rheinrugenstrasse 22**  
**D-6700 Ludwigshafen(DE)**  
Erfinder: **Belde, Horst**  
**Dubliner Strasse 21**  
**D-6700 Ludwigshafen(DE)**

(54) **Hochkonzentrierte feste Pigmentpräparationen.**

(57) Feste Pigmentpräparationen, enthaltend 70 bis 97 Gew.-% , bezogen auf das Gesamtgewicht der Präparation, eines oder mehrerer Pigmente sowie 3 bis 30 Gew.-% , bezogen auf das Gesamtgewicht der Präparation, mindestens einen Tensids, das ein Additionsprodukt von Ethylenoxid und gegebenenfalls Propylenoxid an Ethylendiamin darstellt, wobei der Anteil an Ethylenoxid 46 bis 100 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht von addiertem Ethylenoxid und Propylenoxid, beträgt und das Additionsprodukt ein mittleres Molekulargewicht von 5000 bis 40000 aufweist und deren Verwendung zum Pigmentieren von Druck- oder Lackfarben.

**EP 0 403 917 A1**

### Hochkonzentrierte feste Pigmentpräparationen

Die vorliegende Erfindung betrifft neue feste Pigmentpräparationen, enthaltend 70 bis 97 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Präparation, eines oder mehrerer Pigmente sowie 3 bis 30 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Präparation, mindestens einen Tensids, das ein Additionsprodukt von Ethylenoxid und gegebenenfalls Propylenoxid an Ethylendiamin darstellt, wobei der Anteil an Ethylenoxid 46 bis 100 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht von addiertem Ethylenoxid und Propylenoxid, beträgt und das Additionsprodukt ein mittleres Molekulargewicht von 5000 bis 40000 aufweist.

Aus der EP-A-84 645 sind bereits Pigmentpräparationen bekannt, die, bezogen auf das Gesamtgewicht der Präparation, 70 bis 95 Gew.-% an Pigment und 5 bis 30 Gew.-% mindestens eines oberflächenaktiven festen Mittels, das durch umsetzen von Ethylendiamin mit Propylenoxid und dann mit Ethylenoxid erhalten wird, wobei der Ethylenoxidanteil, bezogen auf das Blockcopolymere, 30 bis 45 Gew.-% beträgt und das Blockcopolymere ein mittleres Molekulargewicht von 11000 bis 15000 aufweist, enthalten.

Es hat sich jedoch gezeigt, daß solche Pigmentpräparationen noch anwendungstechnische Mängel, insbesondere eine ungenügende Fettechtheit, Lagerstabilität, Blockfestigkeit sowie Lösungsmittelretention, aufweisen.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es nun, neue hochkonzentrierte feste Pigmentpräparationen bereitzustellen, bei denen die genannten Nachteile nicht mehr auftreten.

Demgemäß wurden die eingangs näher bezeichneten Pigmentpräparationen gefunden.

Als Pigmente, die in den erfindungsgemäßen Präparationen verwendet werden können, kommen anorganische Pigmente, organische Pigmente oder deren Gemische in Betracht, wobei organische Pigmente bevorzugt sind.

Anorganische Pigmente, sind beispielsweise Eisenoxide, Titandioxide, Ruße, Bleichromat-Bleimolybdat-Pigmente, Nickeltitangelb-Pigmente oder Chrom(III)oxid.

Organische Pigmente, sind beispielsweise solche aus der Klasse der Monoazopigmente, z.B. Produkte, die sich von Acetessigaryliden-derivaten oder von  $\beta$ -Naphtholderivaten ableiten, verlackten Monoazofarbstoffe, z.B. verlackte  $\beta$ -Oxynaphthoesäurefarbstoffe, Disazopigmente, kondensierten Disazopigmente, Isoindolinderivate, Derivate der Naphthalin- oder Perylentetracarbonsäure, Anthrachinonpigmente, Thioindigoderivate, Azomethinderivate, Chinacridone, Perinone, Dioxazine, Pyrazolochinazolone, Ketogruppen enthaltenden polycycli-

schen Verbindungen mit mindestens 4 kondensierten aromatischen und/oder heteroaromatischen Ringen, Phthalocyaninpigmente oder verlackten basischen Farbstoffe, z.B. verlackte Triarylmethanfarbstoffe.

Beispielhaft seien die anorganischen Pigmente Pigment Yellow 42 (C.I. 77 492), Pigment White 6 (C.I. 77 891), Pigment Red 101 (C.I. 77 491), Pigment Blue 27 (C.I. 77 510), Pigment Blue 29 (C.I. 77 007), oder Pigment Black 7 (C.I. 77 266), sowie die organischen Pigmente Pigment Yellow 1 (C.I. 11 680), Pigment Yellow 3 (C.I. 11 710), Pigment Yellow 12 (C.I. 21 090), Pigment Yellow 13 (C.I. 21 100), Pigment Yellow 14 (C.I. 21 095), Pigment Yellow 16 (C.I. 20 040), Pigment Yellow 17 (C.I. 21 705), Pigment Yellow 34 (C.I. 77 603), Pigment Yellow 42 (C.I. 77 492), Pigment Yellow 74 (C.I. 11 741), Pigment Yellow 83 (C.I. 21 108), Pigment Yellow 106, Pigment Yellow 108 (C.I. 68 240), Pigment Yellow 113, Pigment Yellow 117, Pigment Yellow 126, Pigment Yellow 127, Pigment Yellow 139, Pigment Yellow 185, Pigment Orange 5 (C.I. 12 075), Pigment Orange 13 (C.I. 21 110), Pigment Orange 16 (C.I. 21 160), Pigment Orange 34 (C.I. 21 115), Pigment Orange 36 (C.I. 11 780), Pigment Orange 43 (C.I. 71 105), Pigment Orange 67, Pigment Red 3 (C.I. 12 120), Pigment Red 48:1 (C.I. 15 865:1), Pigment Red 48:4 (15 865:4), Pigment Red 49:1 (C.I. 15630:1), Pigment Red 52:1 (C.I. 15860:1), Pigment Red 53:1 (C.I. 15585:1), Pigment Red 57 (C.I. 15 850), Pigment Red 104 (C.I. 77 605), Pigment Red 112 (C.I. 12 370), Pigment Red 122 (C.I. 73 915), Pigment Red 123 (C.I. 71 145), Pigment Red 146 (C.I. 12 485), Pigment Red 169 (C.I. 45 160:2), Pigment Red 170, Pigment Violet 19 (C.I. 46 500), Pigment Violet 23 (C.I. 51 319), Pigment Violet 27 (C.I. 42 555:3), Pigment Blue 1 (C.I. 42 595 : 2), Pigment Blue 15 : 1 (C.I. 74 160), Pigment Blue 15 : 3 (C.I. 74 160), Pigment Blue 15:6 (C.I. 74 160), Pigment Blue 16 (C.I. 74 100), Pigment Blue 61 (C.I. 42 765:1), Pigment Blue 62, Pigment Green 7 (C.I. 74 260), Pigment Green 8 (C.I. 10 008) oder Pigment Green 36 (C.I. 74 265) genannt.

Besonders hervorzuheben sind solche Pigmentpräparationen, die als anorganische Pigmente Titandioxide oder Ruße enthalten.

Weiterhin besonders hervorzuheben sind solche Pigmentpräparationen, die als organische Pigmente Monoazopigmente, insbesondere solche auf Basis von  $\beta$ -Naphthol oder  $\beta$ -Oxynaphthoesäure, Disazopigmente, insbesondere solche auf Basis von Dichlorbenzidin, wobei Produkte, deren Kupplungskomponente aus der Acetessigester- oder Pyrazolonreihe stammt, ganz besonders zu nennen

sind, Isoindolinpigmente, Phthalocyaninpigmente, insbesondere Kupferphthalocyaninpigmente, die gegebenenfalls chloriert sind, oder verlackte Triarylmethanfarbstoffe, insbesondere solche, die mit anorganischen Heteropolysäuren verlackt sind, enthalten.

Bei den Tensiden, die ein weiterer Bestandteil der erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen sind, handelt es sich im allgemeinen um an sich bekannte Verbindungen.

Als Tenside sind solche geeignet, die durch Addition von Ethylenoxid und gegebenenfalls Propylenoxid an Ethylendiamin erhalten werden. Das Verhältnis von Ethylenoxid:Propylenoxid wird dabei so gewählt, daß der Anteil an Ethylenoxid 46 bis 100 Gew.-%, vorzugsweise 60 bis 90 Gew.-% und insbesondere 70 bis 85 Gew.-% jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht von addiertem Ethylenoxid und Propylenoxid, beträgt. Dies bedeutet, daß der Anteil an Propylenoxid 0 bis 54 Gew.-% vorzugsweise 10 bis 40 Gew.-% und insbesondere 15 bis 30 Gew.-% jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht von addiertem Ethylenoxid und Propylenoxid beträgt.

Das mittlere Molekulargewicht der Additionsprodukte beträgt im allgemeinen 5000 bis 40000, vorzugsweise 11000 bis 40000 und insbesondere 15000 bis 35000.

Enthalten die Tenside neben Ethylenoxid auch Propylenoxid, so sind solche bevorzugt, die durch Addition zunächst von Propylenoxid an Ethylendiamin und anschließend von Ethylenoxid erhalten werden.

Wie oben bereits ausgeführt, handelt es sich bei den Tensiden im allgemeinen um an sich bekannte Verbindungen. Sie sind größtenteils handelsüblich oder können nach Methoden, wie sie beispielsweise in J. Falbe, U. Hasseroth "Katalysatoren, Tenside und Mineralöladditive", Seiten 145 bis 147, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, 1978, genannt sind, erhalten werden.

In den erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen beträgt der Anteil an Pigment 70 bis 97 Gew.-%, vorzugsweise 75 bis 97 Gew.-% und insbesondere 80 bis 95 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Präparation. Der Anteil an Tensid liegt bei 3 bis 30 Gew.-%, vorzugsweise 3 bis 25 Gew.-% und insbesondere 5 bis 20 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Präparation.

Die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen können als weitere Bestandteile noch geringe Mengen an Wasser und weitere in Pigmentzubereitungen übliche Mittel in untergeordneter Menge (im allgemeinen bis zu ca. 5 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Präparation) enthalten. In manchen Fällen kann es auch von Vorteil sein, den Anteil dieser Mittel auf Werte oberhalb von 5 Gew.-% zu erhöhen.

% zu erhöhen.

Solche Mittel werden beispielsweise bei der Herstellung der Präparationen, z.B. bei der Dispergierung der Pigmente, oder der Isolierung der Präparationen, als Hilfsstoffe angewendet. Als Zusätze für diese Zwecke sind z.B. schaumverhütende Mittel, Aluminiumhydroxid, saure Acrylharze und/oder pH-regulierende Mittel, wie Puffersubstanzen, Säuren oder Basen, z.B. Sulfonsäuren oder Triethanolamin, zu nennen.

Die Herstellung der erfindungsgemäßen Präparation erfolgt vorzugsweise durch Zugabe des Tensids zu einer wässrigen Pigmentsuspension. Dabei kann man im allgemeinen auch solche wässrigen Pigmentsuspensionen verwenden, wie sie bei der Herstellung der Pigmente anfallen.

Eine weitere bevorzugte Herstellungsweise besteht darin, das Tensid zu dem als Preßkuchen vorliegenden Pigment zu geben, das daran anschließend in einem handelsüblichen Mischer behandelt wird.

Die anschließende Trocknung erfolgt jeweils nach an sich bekannten Methoden, z.B. durch Schranktrocknung oder Sprühtrocknung.

Es ist aber auch möglich, die Präparationen aus fertigem Pigment und Tensid durch Einrühren, Kneten oder Mahlen, z.B. in einer Rührwerkskugelmühle, im Attritor, in einer Kugelmühle oder einer Sand- oder Perlmühle, in wässrigen Medium und anschließender Trocknung herzustellen.

Die neuen Präparationen sind zur Pigmentierung von Bindemittelsystemen, z.B. von Acrylatharzen, für die verschiedensten Anwendungen geeignet, beispielsweise zum Färben oder Bedrucken von Papier, Tapeten, Dekorpapieren, Aluminiumfolie, Weich- oder Hart-PVC, Polyethylen, Polypropylen, Leder oder Kunstleder.

Insbesondere eignen sie sich zum Pigmentieren von wässrigen oder wässrig-alkoholischen Druck- oder Lackfarben. Geeignete Alkohole sind hierbei z.B. Methanol, Ethanol oder Isopropanol.

Es können aber auch Druckpasten zum Bedrucken von textilen Geweben hergestellt werden.

Die mit den neuen Präparationen pigmentierten Farben können nach dem Tiefdruck-, Flexodruck-, Siebdruck- oder Pigmentdruckverfahren oder nach dem Spritz-, Streich- oder Rakelverfahren aufgebracht werden.

Die folgenden Beispiele sollen die Erfindung weiter erläutern. Die dort angegebenen Prozente sind Gewichtsprozente.

#### Beispiele

#### Beispiel 1

217,4 g eines 23%igen Preßkuchens (entsprechend 50 g Pigment) von Pigment Yellow 83 (C.I. 21 108) wurden mit 200 ml Wasser aufgerührt und mit 31,2 g einer 25%igen Lösung eines Tensids (erhalten durch Umsetzen von Ethylendiamin mit Propylenoxid und dann mit Ethylenoxid; Ethylenoxid-Gehalt: 80 %, Molekulargewicht: 30000) in Wasser/Isopropanol (3:1 v/v) versetzt. Diese Suspension wurde eine Stunde bei 50 °C gerührt, dann abgesaugt und bei 80 bis 90 °C getrocknet.

Das dadurch gewonnene Pulver enthält 86,5 Pigment und ergibt im Flexodruck farbstarke und glänzende Andrucke.

#### Beispiel 2

Zu 550 g einer wäßrigen Suspension von Pigment Yellow 13 (C.I. 21 100) (entsprechend 36 g Pigment) wurden 13,5 % (bezogen auf 100 % Pigment) des in Beispiel 1 genannten Tensids gegeben und analog Beispiel 1 aufgearbeitet.

Nach dem Trocknen erhielt man 40 g einer Pigmentpräparation, die hochglänzende und lasierende Andrucke ergibt.

#### Beispiel 3

187,3 g eines 26,7%igen Preßkuchens (entsprechend 50 g Pigment) von Pigment Orange 5 (C.I. 12 075) wurden mit 10,4 g einer 75%igen Lösung eines Tensids (wie in Beispiel 1 beschrieben) und 300 ml Wasser eine Stunde bei 60 °C gerührt. Diese Suspension wurde dann auf Raumtemperatur abgekühlt, abgesaugt und im Trockenschrank getrocknet.

Mit der dadurch erhaltenen Pigmentpräparation lassen sich wasserverdünnbare Flexo- und Tiefdruckfarben mit hoher Farbstärke, hoher Lasur, hohem Glanz und sehr gutem Fließverhalten herstellen.

#### Beispiel 4

Zu einer Suspension von Pigment Red 57 (C.I. 15 850), die durch mehrfaches Dekantieren von Reaktionssalzen befreit wurde, gab man, bezogen auf das Pigment, 15 % eines Tensids (wie in Beispiel 1 beschrieben). Nach einer Rührzeit von einer Stunde bei 60 °C und anschließendem Abkühlen auf Raumtemperatur wurde die wäßrige Suspension durch Sprühtrocknung in ein Pulver übergeführt.

Dieses Pulver eignet sich hervorragend für hochwertige Flexo- und Tiefdruckfarben auf Was-

serbasis.

#### Beispiel 5

Analog Beispiel 4 wurde Pigment Red 48:1 (C.I. 15885:1) aufbereitet. Man erhielt eine Pigmentpräparation, die durch einfaches Einrühren in einen wäßrigen Acrylatlack zu einer Flexo- oder Tiefdruckfarbe verarbeitet werden kann. Die Druckfarbe eignet sich hervorragend zur Herstellung von hochglänzenden Drucken.

#### Beispiel 6

Ein 30%iger wäßriger Preßkuchen von Pigment Red 112 (C.I. 12 370) wurde in einem handelsüblichen Mischer mit 13,5 % eines Tensids (wie in Beispiel 1 beschrieben) intensiv vermischt. Nach Schranktrocknung und Mahlung erhielt man eine leichtdispergierbare Pigmentpräparation mit hohem Glanz- und Lasurniveau.

#### Beispiel 7

In eine 60 °C warme Lösung von 15,6 g eines Tensids (erhalten durch Umsetzen von Ethylendiamin mit Propylenoxid und dann mit Ethylenoxid; Ethylenoxidgehalt: 75 %; Molekulargewicht: ca. 30000) in 200 ml Wasser wurden 100 g feinteiliges Rohkupferphthalocyanin (erhalten durch Mahlen in einer Kugelmühle) zusammen mit 56 g Isobutanol gegeben und unter Rühren 4 Stunden auf 90 °C erhitzt. Nach Filtration und Trocknung erhielt man 115,4 g eines  $\beta$ -Kupferphthalocyaninpigments. Die Präparation kann durch Rühren in einem wäßrigen Druckfarbenbindemittel dispergiert werden. Die erhaltenen Drucke zeigen hohen Glanz, Lasur und Farbstärke.

#### Beispiel 8

265 g eines feuchten Preßkuchens eines kristallinen  $\beta$ -Kupferphthalocyaninpigments, enthaltend 100 g Pigment, wurden in 600 ml Wasser bei 60 °C suspendiert und mit 15,6 g eines Tensids (wie in Beispiel 1 beschrieben) versetzt. Nach Trocknung erhielt man 115 g eines  $\beta$ -Kupferphthalocyaninpigments mit hervorragenden Eigenschaften in wäßrigen Flexo- und Tiefdruckfarben.

#### Beispiel 9

140 g eines feuchten Preßkuchens eines Kup-

ferphthalocyaninpigments der  $\alpha$ -Modifikation (entsprechend 50 g Pigment) wurden in 200 ml Wasser suspendiert und bei 60°C mit 10,25 g eines Tensids (erhalten durch Umsetzen von Ethylendiamin mit Propylenoxid und dann mit Ethylenoxid; Ethylenoxidgehalt: 70 %; Molekulargewicht: ca. 25000) vermischt und 2 Stunden gerührt. Nach Filtration und Trocknung erhielt man 60 g eines Kupferphthalocyaninpigments der  $\alpha$ -Modifikation, das in wäßrigen Druckfarben hervorragende Glanz- und Lasurwerte ergibt.

#### Beispiel 10

100 g feuchtes Preßgut von Pigment Green 7 (C.I. 74 260), entsprechend 50 g Pigment, wurden in 160 ml Wasser bei 60°C verrührt und mit 7,5 g eines Tensids (wie in Beispiel 1 beschrieben) bei 90°C 2 Stunden homogenisiert. Nach Sprühtrocknung erhielt man 57 g eines Kupferphthalocyaninpigments mit hervorragender Dispergierbarkeit und Farbstärke in wäßrigen Druckfarben.

#### Ansprüche

1. Feste Pigmentpräparationen, enthaltend 70 bis 97 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Präparation, eines oder mehrerer Pigmente sowie 3 bis 30 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Präparation, mindestens einen Tensids, das ein Additionsprodukt von Ethylenoxid und gegebenenfalls Propylenoxid an Ethylendiamin darstellt, wobei der Anteil an Ethylenoxid 46 bis 100 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht von addiertem Ethylenoxid und Propylenoxid, beträgt und das Additionsprodukt ein mittleres Molekulargewicht von 5000 bis 40000 aufweist.

2. Feste Pigmentpräparationen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sie 75 bis 97 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Präparation, eines oder mehrerer Pigmente sowie 3 bis 25 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Präparation, mindestens eines Tensids enthalten.

3. Feste Pigmentpräparationen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sie als Tensid ein Additionsprodukt von Ethylenoxid und Propylenoxid an Ethylendiamin enthalten, wobei der Anteil an Ethylenoxid 60 bis 90 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht von addiertem Ethylenoxid und Propylenoxid, beträgt.

4. Feste Pigmentpräparationen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sie ein Tensid enthalten, das ein mittleres Molekulargewicht von 11000 bis 40000 aufweist.

5. Feste Pigmentpräparationen nach Anspruch

1, dadurch gekennzeichnet, daß sie als Pigmente anorganische Pigmente, organische Pigmente oder deren Gemische enthalten.

6. Feste Pigmentpräparationen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sie als anorganische Pigmente Eisenoxide, Titandioxide, Ruße, Bleichromat-Bleimolybdat-Pigmente, Nickeltitangelb-Pigmente oder Chrom(III)oxid enthalten.

7. Feste Pigmentpräparationen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sie als organische Pigmente solche aus der Klasse der Monoazopigmente, verlackten Monoazofarbstoffe, Disazopigmente, kondensierten Disazopigmente, Isoindolinderivate, Derivate der Naphthalin- oder Perylentracarbonsäure, Anthrachinonpigmente, Thioindigoderivate, Azomethinderivate, Chinacridone, Perinone, Dioxazine, Pyrazolochinazolone, Ketogruppen enthaltenden polycyclischen Verbindungen mit mindestens 4 kondensierten aromatischen und/oder heteroaromatischen Ringen, Phthalocyaninpigmente oder verlackten basischen Farbstoffe enthalten.

8. Verwendung der festen Pigmentpräparationen gemäß Anspruch 1 zum Pigmentieren von wäßrigen oder wäßrig-alkoholischen Druck- oder Lackfarben.



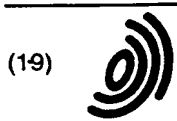
Europäisches  
Patentamt

## EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 90111030.4

| EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE  |   |  |   |
|---|---|--|---|
| Kategorie   | Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile | Betrifft Anspruch  | KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl. <sup>8</sup> ) |
| D, A  | <u>EP - A2/A3 - 0 084 645</u><br>(BASF AKTIENGESELLSCHAFT)<br>* Patentansprüche *   | 1-8  | C 09 D 17/00<br>C 09 B 67/20<br>C 09 C 3/10           |
| A   | <u>GB - A - 1 603 142</u><br>(HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT)<br>* Patentansprüche *    | 1-8  |   |
|   |   |  | RECHERCHIERTE<br>SACHGEBIETE (Int. Cl. <sup>8</sup> ) |
|   |   |  | C 09 D<br>C 09 B<br>C 09 C                            |
| Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.                        |   |  |   |
| Recherchenort<br><b>WIEN</b>  |   | Abschlußdatum der Recherche<br><b>28-09-1990</b>   | Prüfer<br><b>HAUSWIRTH</b>                            |
| <b>KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTEN</b>   |   |  |   |
| X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet  |   | E : älteres Patentedokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist |   |
| Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie |   | D : in der Anmeldung angeführtes Dokument  |   |
| A : technologischer Hintergrund   |   | L : aus andern Gründen angeführtes Dokument  |   |
| O : mündliche Offenbarung   |   |  |   |
| P : Zwischenliteratur   |   |  |   |
| T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze                                      |   | & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument                                  |   |



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets



(11) **EP 1 081 195 A2**

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:  
07.03.2001 Patentblatt 2001/10

(51) Int. Cl.<sup>7</sup>: **C09B 67/08**, C09B 67/10

(21) Anmeldenummer: **00117475.4**

(22) Anmeldetag: **12.08.2000**

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU  
MC NL PT SE**  
Benannte Erstreckungsstaaten:  
**AL LT LV MK RO SI**

(71) Anmelder: **Clariant GmbH**  
**65929 Frankfurt am Main (DE)**

(72) Erfinder:  
• **Metz, Hans Joachim, Dr.**  
**64285 Darmstadt (DE)**  
• **Ohleler, Helfred**  
**65451 Kelsterbach (DE)**

(30) Priorität: **28.08.1999 DE 19941061**

### (54) Verfahren zur Herstellung von Pigmentgranulaten

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines Pigmentgranulats, dadurch gekennzeichnet, daß ein organisches Pigment während des Finishes in einem organischen oder wäßrig-organischen Medium mit einem Wachs oder einem wachsartigen Polymer versetzt wird, und die nach dem Entfernen des organischen Lösemittels durch Wasserdampfdestillation oder Auswaschen mit Wasser erhaltene wäßrige Suspension sprühgetrocknet wird.

EP 1 081 195 A2

## Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung einer organischen Farbmittelzusammensetzung in Granulatform, bestehend aus mit Wachs belegten organischen Pigmenten.

[0002] Organische Pigmente fallen bei der Herstellung meist in Form von Pulvern an. Die Pulver bestehen aus sehr kleinen Teilchen und sind daher stark staubend. Staubentwicklung führt zur Kontamination von Geräten, Anlagen und Produkten, so daß vor allem bei Produktumstellungen Reinigungsarbeiten mit hohem finanziellem und zeitlichem Aufwand durchgeführt werden müssen. Dadurch ergeben sich Forderungen seitens der Pigmentverarbeiter zur Bereitstellung nichtstaubender Pigmentformen.

[0003] Zur Nutzung müssen Pigmente im Anwendungsmedium dispergiert werden. Liegen die Pigmente als Pulver vor, erfolgt die Dispergierung meist mit hohem Energieeintrag, z.B. bei der Verwendung von Zweischnellenextrudern in der Kunststoffefärbung. Vorteilhaft für die Anwendung sind deshalb Pigmente, die in einer vordispersierten Form vorliegen.

[0004] Die JP 10-251533 beschreibt Chinacridonpigmente, die durch eine Wachsbelegung über einen Isobutanolfinish in eine vordispersierte Form gebracht werden. Die mit Wachs belegten Chinacridonpigmente, die eine Partikelgröße von etwa 0,05 bis 0,3 µm besitzen, werden als Pulver eingesetzt und besitzen somit den Nachteil der Staubentwicklung.

[0005] Die DE-A1-29 40 156 und WO 92/07912 beschreiben Verfahren zur Herstellung von staubarmen, frei fließenden Pigmentgranulaten durch Verwendung eines Fließbettverfahrens. Durch Durchblasen von Luft durch das Pigmentpulver wird ein Fließbett aus aufgewirbeltem Pigmentpulver erzeugt, das mit einer wäßrigen Lösung, Dispersion oder Emulsion eines Granulierhilfsmittels besprüht wird.

[0006] Bei einem anderen Verfahren (DE 39 35 815 C2) wird das Pigment in einem Mischgranulator mit einer Wachsdispersion besprüht. Diese Verfahren sind mit dem Nachteil behaftet, daß das Pigment nicht in einer für die spätere Anwendung günstigen vordispersierten Form vorliegt, da die Oberfläche der Pigmentpartikel nur unvollständig mit dem Wachs oder dem Hilfsmittel belegt ist. Außerdem ist es nicht möglich, jedes Pulverpigment zu einem Fließbett zu verwirbeln (Powder Technology 57, 127-133 (1989)), so daß diese Methode nicht allgemein verwendet werden kann.

[0007] Die genannten Verfahren besitzen entweder den Nachteil, daß ein vordispersiertes, aber staubendes Pigmentpulver (JP 10-251 533) oder daß ein nichtstaubendes, aber unzureichend vordispersiertes Pigmentgranulat hergestellt wird. Außerdem gehen die bekannten Verfahren zur Herstellung einer nichtstaubenden Pigmentform von fertigem Pigmentpulver aus und verursachen daher zusätzliche Arbeitsschritte, die die Kosten erhöhen.

[0008] Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, ein Verfahren zur Herstellung staubfreier, rieselfähiger und leicht dispergierbarer organischer Pigmente bereitzustellen, das im Vergleich zur Herstellung des entsprechenden Pigmentpulvers keine zusätzlichen Prozeßschritte benötigt.

[0009] Es wurde gefunden, daß sich die im Stand der Technik aufgeführten Nachteile überraschenderweise durch eine Sprühtrocknung von organischen Pigmenten, die während eines bei der Pigmentherstellung durchzuführenden Finishprozesses mit einer Wachs- oder Polymerschicht umhüllt wurden, gelöst werden.

[0010] Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung eines leicht dispergierbaren Pigmentgranulats, dadurch gekennzeichnet, daß ein organisches Pigment während des Finishprozesses in einem organischen oder wäßrig-organischen Medium mit einem Wachs oder wachsartigen Polymer versetzt wird, dann das organische Lösemittel entfernt wird, beispielsweise durch Wasserdampfdestillation oder Auswaschen mit Wasser, und eine wäßrige Suspension des Pigments sprühgetrocknet wird.

[0011] Während des Finishprozesses werden die Pigmentpartikel mit dem Wachs oder wachsartigen Polymer in innigen Kontakt gebracht. Nach Entfernen des Lösemittels durch Wasserdampfdestillation wird eine sprühfähige wäßrige Suspension erhalten. Dennoch kann es zweckmäßig sein, die Suspension vor der Sprühtrocknung abzufiltrieren und durch Waschen eventuell vorhandene Salze zu entfernen und den durch die Filtration erhaltenen Preßkuchen wieder zu einer sprühfähigen Suspension anzurühren.

[0012] Beim Auswaschen mit Wasser wird zweckmäßigerweise so verfahren, daß der Feststoff abfiltriert, mit Wasser lösemittelfrei gewaschen und der dabei entstandene Preßkuchen mit Wasser zu einer sprühfähigen Suspension verdünnt wird.

[0013] Durch die Sprühtrocknung wird zum einen eine Granulierung in eine geeignete Partikelgröße erreicht, ohne daß die während des Lösemittelfinishs erzielte Umhüllung der Pigmentpartikel mit dem Wachs oder Polymer beschädigt wird. Zum anderen wird die bei der Herstellung von Pigmentpulvern notwendige Trocknung und Mahlung vermieden.

[0014] Die erfindungsgemäßen Pigmentgranulate weisen einen mittleren Teilchendurchmesser von 0,05 bis 5 mm auf. Besonders bevorzugt sind Granulate mit Teilchendurchmesser im Bereich von 0,1 bis 2 mm. Durch ihre meist kugelförmige Gestalt sind die Granulate rieselfähig und damit gut dosierbar. Aufgrund ihrer Größe und Gewichts sind die Granulate besonders staubarm.

[0015] Als organische Pigmente kommen z.B. Azopigmente, wie Monoazo-, Disazo-, Naphtol-, Metallkomplexpigmente, wie auch polycyclische Pigmente, wie Isoindolinon- und Isoindolinpigmente, Anthanthron-, Thioindigo-, Chinophthalon-, Anthrachinon-, Dioxazin-, Phthalocyanin-, Chinacridon-, Perylen-, Perinon-, Dike-



topyrrolopyrrol- und Azomethinpigmente, in Betracht.

**[0016]** Wachse sind nicht einheitlich chemisch definiert und bilden eine Gruppe von Stoffen mit gleichen oder ähnlichen Gebrauchseigenschaften, gekennzeichnet durch besondere physikalische Eigenschaften. So bezeichnet der Begriff "Wachs" eine Reihe natürlicher oder künstlich gewonnener Stoffe, die in der Regel folgende Eigenschaften aufweisen: Bei 20°C knetbar, fest bis brüchig hart, grob bis feinkristallin, durchscheinend bis opak, jedoch nicht glasartig; über 40°C ohne Zersetzung schmelzend, schon wenig oberhalb des Schmelzpunktes verhältnismäßig niedrigviskos und nicht fadenziehend, stark temperaturabhängige Konsistenz und Löslichkeit, unter leichtem Druck polierbar (vgl. Ullmanns Encyclopädie der technischen Chemie, Band 24, 4. Auflage 1983, S. 1-49, Verlag Chemie, Weinheim und Römpps Chemie-Lexikon, Band 6, 8. Auflage 1988, S. 463, Franck'sche Verlagshandlung).

**[0017]** Als Wachse werden bevorzugt: Naturwachse, wie Pflanzenwachse, z.B. Camaubawachs, Candelillawachs, und tierische Wachse, z.B. Bienenwachs, modifizierte Naturwachse, wie z.B. Paraffinwachse, Mikrowachse, teilsynthetische Wachse, wie z.B. Montanesterwachse, oder vollsynthetische Wachse, wie Polyolefinwachse, z.B. Polyethylen und Polypropylenwachse, Polyethylenglykolwachse, Cycloolefincopolymerwachse, Amidwachse, wie z.B. N,N'-Distearylethylendiamin, sowie chlor- oder fluorhaltige Polyolefinwachse oder Polyethylen-Polytetrafluorethylen-Wachsmischungen.

**[0018]** Besonders bevorzugt sind Polyolefinwachse, sowie polare Gruppen enthaltende Polyolefinwachse, entstanden durch nachträgliche Oxidation des Polyolefinwachses, durch Pfropfreaktion mit Carbonsäure-, Carbonsäureester-, Carbonsäureanhydrid- oder Hydroxygruppen enthaltenden Monomeren oder durch Copolymerisation aus einem Olefin und einem Carbonsäure-, Carbonsäureester-, Carbonsäureanhydrid- oder Hydroxygruppen enthaltenden Monomer.

**[0019]** Als Polymere sind höhermolekulare Verbindungen, die einen wachsartigen Charakter aufweisen und vorzugsweise durch Polykondensations- oder Polyadditionsverfahren hergestellt wurden, geeignet, z.B. thermoplastische Polyester-, Epoxid-, Styrol-Acrylat-Copolymer-, Styrol-Butadien-Copolymer-, Cycloolefin-copolymer-Harze, wie z. B. <sup>®</sup>Topas.

**[0020]** Um eine ausreichende Löslichkeit bei erhöhter Temperatur in organischen Lösungsmitteln zu besitzen, besitzen die Polymere meist ein Zahlenmittel des Molekulargewichts ( $\bar{M}_n$ ) von bis zu 20000. Bevorzugt sind Wachse mit einem Zahlenmittel des Molekulargewichts ( $\bar{M}_n$ ) bis zu 10000, besonders bevorzugt mit einem Zahlenmittel des Molekulargewichts ( $\bar{M}_n$ ) bis zu 5000.

**[0021]** Der Tropfpunkt der erfindungsgemäß eingesetzten Wachse oder die Erweichungstemperatur der Polymere liegt vorzugsweise im Bereich von 60 bis 180°C, besonders bevorzugt im Bereich von 80 bis

140°C.

**[0022]** Je nach Anwendungsgebiet des Pigmentgranulats kann die Menge und die Art des Wachses oder Polymers variieren, vor allem um die Verträglichkeit mit dem Anwendungsmedium zu gewährleisten. Um ein definiertes Eigenschaftsprofil zu erzeugen, ist es auch möglich, eine Mischung aus mindestens zwei verschiedenen Wachsen oder Polymeren zu verwenden.

**[0023]** Zweckmäßigerweise wird das organische Pigment in einer Menge von 50 bis 99 Gew.-%, vorzugsweise aus 60 bis 95 Gew.-%, und das Wachs oder Polymer in einer Menge von 1 bis 50 Gew.-%, vorzugsweise aus 5 bis 40 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des Pigmentgranulats, eingesetzt.

**[0024]** Unter Finishprozeß versteht der Fachmann eine Nachbehandlung des bei der Synthese entstandenen Rohpigments, meist in Form eines wasserfeuchten Preßkuchens, einer wäßrigen Pigmentsuspension oder eines Trockenpigments, in einem Finishmedium, z.B. in einem organischem Lösungsmittel oder einer Mischung aus Wasser und organischem Lösungsmittel, um eine für die spätere Anwendung vorteilhafte Kristallform und/oder Kristallmodifikation zu erzeugen. Zweckmäßigerweise wird dabei eine 2 bis 30 gew.-%ige Suspension des Rohpigments oder Rohpigmentpreßkuchens im Finishmedium, gegebenenfalls unter Erhitzen, unter Zugabe des Wachses oder Polymers gerührt, geknetet und/oder unter Rückfluß erhitzt.

**[0025]** Als Finishmedium wird vorzugsweise ein solches organisches Lösungsmittel oder eine solche Mischung aus Wasser und einem organischen Lösungsmittel ausgewählt, das bei der Finish-Temperatur das verwendete Wachs oder Polymer partiell oder vollständig löst und durch Wasserdampfdestillation oder Auswaschen entfernt werden kann. Bevorzugte Lösungsmittel sind aliphatische Alkohole, wie z.B. n-Butanol, Isobutanol, n-Octanol, Isooctanol; aromatische Kohlenwasserstoffe, wie z.B. Benzol, Toluol, Xylol, Kresol, Chlorbenzol, 1,2-Dichlorbenzol; Ester wie z.B. Ethylacetat, Butylacetat; Ketone wie z.B. Methyläthylketon, Methylisobutylketon oder Cyclohexanon; dipolar aprotische Lösungsmittel wie z.B. N-Methylpyrrolidon, Dimethylsulfoxid oder Sulfolan.

**[0026]** Die Finish-Temperaturen können beispielsweise im Bereich von 20 bis 200°C, vorzugsweise 60 bis 180°C, liegen. Der Finishprozeß dauert zweckmäßigerweise 1 bis 24 Stunden, bevorzugt 2 bis 10 Stunden. Es kann vorteilhaft sein, den Finishprozess so durchzuführen, dass zunächst, z.B. für 1 - 10 Stunden auf 60 bis 200°C erhitzt, dann auf 100 bis 20°C abgekühlt und das Wachs oder Polymer zugegeben wird, und dann erneut auf 60 bis 200°C erhitzt wird. Es ist auch möglich, das Wachs oder Polymer während des Finishprozesses dem Finishansatz direkt, d.h. ohne zwischenzeitliches Abkühlen, zuzugeben.

**[0027]** Bei dem Finishprozeß wird das üblicherweise lipophile Pigment von der organischen Phase

(Lösungsmittel und Wachs/Polymer) umhüllt. Diese Vorgehensweise bietet den Vorteil, daß das Pigment feinverteilt in der organischen Phase vorliegt. Eine endgültige Bedeckung der Pigmentoberfläche mit Wachs/Polymer wird durch die Abtrennung des Lösungsmittels erreicht, was durch eine Wasserdampfdestillation (Temperatur z.B. 80 bis 100°C) oder durch Auswaschen mit Wasser auf einem Filter, zweckmäßig bei 20 bis 95°C, geschieht. Danach liegt eine wäßrige Suspension von mit Wachs/Polymer belegten Pigmenten vor. Die Suspension wird gegebenenfalls mit Wasser auf die gewünschte Konzentration, zweckmäßigerweise auf eine 5 bis 30 gew.-%ige Suspension des mit Wachs/Polymer belegten Pigments, eingestellt, gegebenenfalls mit Hilfe einer Kolloidmühle oder eines vergleichbaren Aggregates homogenisiert und anschließend zum Granulat sprühgetrocknet. In manchen Fällen kann für eine optimale Benetzung der Pigmentoberfläche mit dem Wachs/Polymer die Zugabe eines Tensids günstig sein. Als Tenside kommen sowohl kationische Tenside, wie z.B. quartäre Ammoniumsalze, langkettige Alkylamine (im neutral bis schwach saurem pH-Bereich); anionische Tenside wie z.B. Carbonsäuren, Sulfonsäuren, Sulfosäureester, wie z.B. Sulfobernstein-säureester, und deren Salze; Amphotenside, wie z.B. Betaine und nichtionische Tenside, wie z.B. Zuckeralkylate und -acylate, ethoxylierte Zuckeralkylate und -acylate, Glycerinester, Polyethylenglykolester und ethoxylierte Fettsäuren. Fettalkohol- und Fettaminethoxyolate, in Betracht.

**[0028]** Das Tensid kann vor dem Finish oder während des Finishprozesses zugegeben werden.

**[0029]** Zur Sprühtrocknung sind Sprühtürme mit Einstoffdüse oder Sprühtürme, die eine Aufbaugranulierung durchführen (z.B. Fluidized bed Spray Drier), geeignet. Bei Sprühtürmen mit Einstoffdüse wird die Suspension in Form größerer Tropfen versprüht und das Wasser verdampft. Liegen die Temperaturen im Sprühturm oberhalb des Tropfpunktes des Wachses/Polymers, schmilzt das Wachs/Polymer auf und verläuft zu einem kugelförmigen Granulat mit glatter Oberfläche.

**[0030]** Bei FSD-Sprühtürmen wird die Suspension zu einem feinen Pulver versprüht. Die kräftige Fluidisierung im Fließbett und die Rezirkulation der durch die Abluft mitgerissenen Feinpulverpartikel, die in einem Vorzyklon abgeschieden werden, bewirken, daß die Sprühtrocknung in einer turbulenten Pulverwolke stattfindet. Hierdurch entsteht ein Puderungseffekt und bei Temperaturen im Turm oberhalb des Tropfpunktes des Wachses/Polymers verkleben die Partikel zu einem himbeerförmigen Granulat. Die Restfeuchte und die Granulometrie werden im Fließbett kontrolliert.

**[0031]** Die Gaseintrittstemperatur im Sprühturm liegt normalerweise im Bereich von 180 bis 300°C, bevorzugt 190 bis 280°C, die Gasaustrittstemperatur im Bereich von 70 bis 150°C, bevorzugt 90 bis 130°C.

**[0032]** Die Granulate können zum Einfärben von

hochmolekularen organischen Materialien eingesetzt werden. Diese können natürlicher oder synthetischer Herkunft sein. Es kann sich z.B. um Naturharze, trocknende Öle oder Kautschuk handeln. Es kann sich aber auch um abgewandelte Naturstoffe handeln, wie z.B. Chlorkautschuk, Cellulosederivate, wie Celluloseester oder Celluloseether, und besonders um vollsynthetische organische Polymere (Kunststoffe), die durch Polymerisation, Polykondensation oder Polyaddition hergestellt sind. Aus der Klasse der durch Polymerisation hergestellten Kunststoffe seien besonders folgende genannt: Polyolefine, wie z.B. Polyethylen, Polypropylen, Polyisobutylen, und substituierte Polyolefine, wie z.B. Polystyrol, Polyvinylchlorid, Polyvinylidenchlorid, Polyvinylacetale, Polyacrylnitril, Polyacrylsäure, Polymethacrylsäure, Polyacrylsäure- und Polymethacrylsäureester oder Polybutadien, sowie Copolymerisate davon. Aus der Klasse der durch Polyaddition und Polykondensation hergestellten Kunststoffe seien genannt: Polyester, Polyamide, Polyimide, Polycarbonate, Polyurethane, Polyether, Polyacetale, sowie die Kondensationsprodukte von Formaldehyd mit Phenolen (Phenoplast) und die Kondensationsprodukte von Formaldehyd mit Harnstoff, Thioharnstoff und Melamin (Aminoplaste).

**[0033]** Das genannte hochmolekulare organische Material kann einzeln oder in Mischungen in Form von Kunststoffmassen oder -schmelzen vorliegen. Es kann auch in Form seiner Monomere vorliegen, die nach dem Färben polymerisiert werden.

**[0034]** Die erfindungsgemäßen Pigmentgranulate können in jedem Mengenverhältnis, das zum Einfärben des hochmolekularen organischen Materials notwendig ist, eingesetzt werden, üblicherweise in Mengen von 0,1 bis 30 Gew.-%, bevorzugt 1 bis 20 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des pigmentierten hochmolekularen organischen Materials.

**[0035]** Zum Einfärben des hochmolekularen organischen Materials können die erfindungsgemäßen Granulate für sich alleine eingesetzt werden. Zur Einstellung verschiedener Farbtöne oder Farbeffekte ist es auch möglich, andere Farbmittel, wie z.B. weiße, farbige oder schwarze Pigmente, sowie Effektpigmente zusätzlich neben den erfindungsgemäßen Granulaten dem hochmolekularen organischen Material zuzusetzen.

**[0036]** Die Granulate stellen hochkonzentrierte Farbmittel dar, in denen die Pigmente in einer vordispersierten Form, ähnlich einem Masterbatch, vorliegen. Zum Einfärben des hochmolekularen organischen Materials muß daher keine große Dispergierarbeit mehr geleistet werden und es genügt z.B. ein Durchmischen der erfindungsgemäßen Granulate mit dem hochmolekularen organischen Material in Rollmühlen, Mixern, anderen Mahlaggregaten oder im Einschneckenextruder.

## Beispiele

## Beispiel 1

**[0037]** 27,1 kg salzfreier, wasserfeuchter Presskuchen von ungefinishtem Rohpigment P.Y. 180 (entspricht 7,5 kg Trockenpigment) werden in 33,5 kg Wasser mit Hilfe eines Faßrührers dispergiert. Nach Zugabe von 80,8 kg Isobutanol und 5,0 kg des Polyethylenwachses PED 522 (Clariant GmbH) wird der Ansatz 5 Stunden bei 150°C gerührt. Dabei finden der Finishprozeß und die Wachsbelegung des Pigmentes statt. Nach dem Finish wird das Isobutanol durch Wasserdampfdestillation entfernt und man erhält eine wäßrige Suspension von mit Wachs belegtem Pigment P.Y. 180. Durch Zugabe von Wasser wird die Suspension auf eine Feststoffkonzentration von 10 Gew.-% gestellt, dispergiert und durch Passieren durch eine Kolloidmühle homogenisiert. Anschließend wird die homogene Suspension in einem FSD-Sprühturm versprüht und dabei granuliert (Gaseintrittstemperatur: 190°C; Gasaustrittstemperatur: 100°C; Betttemperatur: 75°C). Man erhält ein Pigmentgranulat mit himbeerartiger Struktur.

**[0038]** Das Staubverhalten des Granulates wird mit Hilfe eines Sedimentationsstaubmeßgerätes ermittelt. Die Probe fällt aus einem Beschickungssystem durch ein Fallrohr und prallt auf eine Bodenplatte. Der zeitliche Verlauf der Sedimentation wird photometrisch gemessen. Die Meßskala reicht von 0 (nicht staubend) bis 16 (stark staubend).

**[0039]** Die Staubzahl beträgt 1,1, während das entsprechende Pulverpigment eine Staubzahl von 15,9 hat. Die Coloristik wurde in Polyethylen geprüft und entspricht dem Pulvertyp.

## Beispiel 2

**[0040]** Durchführung wie Beispiel 1, jedoch mit folgendem Ansatz:

25,32 kg feuchter Preßkuchen P.Y. 180 (entspricht 7,0 kg Trockenpigment)  
31,10 kg Wasser  
75,54 kg Isobutanol  
3,0 kg Wachs PED 522 (Clariant GmbH)

Die Staubzahl beträgt 0,1. Die Coloristik wurde in Polyethylen geprüft und entspricht dem Pulvertyp.

## Beispiel 3

**[0041]** Durchführung wie Beispiel 1, jedoch mit folgendem Ansatz:

25,32 kg feuchter Preßkuchen P.Y. 180 (entspricht 7,0 kg Trockenpigment)

30,50 kg Wasser

76,09 kg Isobutanol

3,0 kg Wachs PE 890 (Copolymer aus Vinylacetat und Ethylen)

Die Coloristik wurde in Polyethylen geprüft und entspricht dem Pulvertyp.

## Beispiel 4

**[0042]** 27,1 kg salzfreier, wasserfeuchter Presskuchen des ungefinishten Rohpigments P.Y. 180 (entspricht 7,5 kg Trockenpigment) werden in 33,5 kg Wasser mit Hilfe eines Faßrührers dispergiert. Nach Zugabe von 80,8 kg Isobutanol und 5,0 kg des Polyethylenwachses PED 522 (Clariant GmbH) wird der Ansatz 5 Stunden bei 150°C gerührt. Dabei finden der Finishprozeß und die Wachsbelegung des Pigmentes statt. Nach dem Finish wird das Isobutanol durch Wasserdampfdestillation entfernt und man erhält eine wäßrige Suspension von mit Wachs belegtem Pigment P.Y. 180. Durch Zugabe von Wasser wird die Suspension auf eine Feststoffkonzentration von 10 Gew.-% gestellt, dispergiert und durch Passieren durch eine Kolloidmühle homogenisiert. Anschließend wird die homogene Suspension in einem Sprühturm mit Einstoffdüse versprüht (Gaseintrittstemperatur: 260°C; Gasaustrittstemperatur: 120°C). Man erhält ein kugelförmiges Pigmentgranulat.

Die Coloristik wurde in Polyethylen geprüft und entspricht dem Pulvertyp.

Beispiel 5 27,1 kg salzfreier, wasserfeuchter Presskuchen von ungefinishtem Rohpigment P.R. 122 (entspricht 6,1 kg Trockenpigment) werden in einer Mischung aus 38,3 kg Isobutanol, 1 kg 33 gew.-%iger Natronlauge und 10,2 kg Wasser dispergiert. Nach Zugabe von 3,34 kg des Polyethylenwachses PED 522 (Clariant GmbH) wird das Pigment 5 Stunden bei 125°C gefinisht. Das Isobutanol wird durch Wasserdampfdestillation entfernt und man erhält eine wäßrige Suspension von mit Wachs belegten P.R. 122.

**[0043]** Durch Zugabe von Wasser wird die Suspension auf eine Feststoffkonzentration von 10 Gew.-% gestellt, dispergiert und durch Passieren durch eine Kolloidmühle homogenisiert. Anschließend wird die homogene Suspension in einem FSD-Sprühturm versprüht und dabei granuliert. Man erhält ein Pigmentgranulat mit himbeerartiger Struktur. Die Coloristik wurde in Polyethylen geprüft und entspricht dem Pulvertyp.

## Beispiel 6

**[0044]** 33,5 kg salzfreier, wasserfeuchter Presskuchen (22,2 Gew.-%) von ungefinishtem Rohpigment P.O. 72 (entspricht 7,4 kg Trockenpigment) werden in 33,9 kg Wasser mit Hilfe eines Faßrührers dispergiert.

Nach Zugabe von 50,9 kg Isobutanol wird der Ansatz 3 Stunden bei 160°C gerührt. Anschließend wird unter Druck 1,86 kg <sup>®</sup>Licowax PED 121 (Clariant GmbH) zugegeben und eine weitere Stunde bei 160°C gerührt. Nach dem Finishprozess wird das Isobutanol durch Wasserdampfdestillation entfernt und man erhält eine wässrige Suspension von mit Wachs belegtem P.O. 72. Die wässrige Suspension wird durch Passieren durch eine Kolloid-Mühle homogenisiert. Anschließend wird die homogene Suspension in einem Sprühturm mit Einstoffdüse versprüht (Gaseintrittstemperatur: 260°C; Gasaustrittstemperatur: 120°C). Man erhält ein kugelförmiges Pigmentgranulat. Die Coloristik des Granulats wurde in Polyethylen geprüft und entspricht dem Pulvertyp.

#### Beispiel 7

**[0045]** 35,7 kg salzfreier, wasserfeuchter Presskuchen (20,8 Gew.-%) von ungefinisstem Rohpigment P.O. 72 (entspricht 7,4 kg Trockenpigment) werden in 31,7 kg Wasser mit Hilfe eines Faßrührers dispergiert. Nach Zugabe von 50,9 kg Isobutanol wird der Ansatz 3 Stunden bei 160°C gerührt. Anschließend werden unter Druck 1,98 kg <sup>®</sup>Licowax PED 121 (Clariant GmbH) und 4,96 kg <sup>®</sup>Tergitol 15-S-20 (Union Carbide) zugegeben und eine weitere Stunde bei 160°C gerührt. Nach dem Finishprozess wird das Isobutanol durch Wasserdampfdestillation entfernt und man erhält eine wässrige Suspension von mit Wachs belegtem P.O. 72. Die wässrige Suspension wird durch Passieren durch eine Kolloid-Mühle homogenisiert. Anschließend wird die homogene Suspension in einem Sprühturm mit Einstoffdüse versprüht (Gaseintrittstemperatur: 260°C; Gasaustrittstemperatur: 120°C). Man erhält ein kugelförmiges Pigmentgranulat.

**[0046]** Die Coloristik des Granulats wurde in Polyethylen geprüft und entspricht dem Pulvertyp.

#### Beispiel 8

**[0047]** 33,5 kg salzfreier, wasserfeuchter Presskuchen von ungefinisstem Rohpigment P.O. 72 (entspricht 7,4 kg Trockenpigment) werden in 33,9 kg Wasser mit Hilfe eines Faßrührers dispergiert. Nach Zugabe von 50,9 kg Isobutanol wird der Ansatz 4 Stunden bei 160°C gerührt. Anschließend wird auf 80°C abgekühlt und 1,86 kg <sup>®</sup>Licolub WE 40 (Clariant GmbH) zugegeben und 30 Minuten unter Rühren unter Rückfluss erhitzt. Anschließend wird das Isobutanol durch Wasserdampfdestillation entfernt und man erhält eine wässrige Suspension von mit Wachs belegtem Pigment P.O. 72. Die wässrige Suspension wird durch Passieren durch eine Kolloid-Mühle homogenisiert. Anschließend wird die homogene Suspension in einem Sprühturm mit Einstoffdüse versprüht (Gaseintrittstemperatur: 260°C; Gasaustrittstemperatur: 120°C). Man erhält ein kugelförmiges Pigmentgranulat.

Die Coloristik des Granulats wurde in Polyethylen geprüft und entspricht dem Pulvertyp.

#### Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Pigmentgranulats, dadurch gekennzeichnet, daß ein organisches Pigment während des Finishprozesses in einem organischen oder wäßrig-organischen Medium mit einem Wachs oder einem wachsartigen Polymer versetzt wird, dann das organische Lösemittel entfernt wird und eine wäßrige Suspension des Pigments sprühgetrocknet wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß ein organisches Pigment während des Finishprozesses in einem organischen oder wäßrigorganischen Medium mit einem Wachs oder einem wachsartigen Polymer versetzt wird, und die nach dem Entfernen des organischen Lösemittels durch Wasserdampfdestillation oder Auswaschen mit Wasser erhaltene wäßrige Suspension sprühgetrocknet wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das organische Pigment ein Azopigment oder ein polycyclisches Pigment ist.
4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß das polycyclische Pigment ein Isoindolinon-, Isoindolin-, Anthanthron-, Thioindigo-, Chinophthalon-, Anthrachinon-, Dioxazin-, Phthalocyanin-, Chinacridon-, Perylen-, Perinon-, Diketopyrrolopyrrol- oder Azomethinpigment ist.
5. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Wachs ein Naturwachs, ein modifiziertes Naturwachs, ein teilsynthetisches Wachs, ein vollsynthetisches Wachs, ein Amidwachs oder ein chlor- oder fluorhaltiges Polyolefinwachs ist.
6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß das vollsynthetische Wachs ein Polyolefinwachs, ein Cycloolefincopolymerwachs oder ein Polyethylenglykolwachs ist.
7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß das Polyolefinwachs ein polare Gruppen enthaltendes Polyolefinwachs ist, entstanden durch nachträgliche Oxidation des Polyolefinwachses, durch Pfropfreaktion mit Carbonsäure-, Carbonsäureester-, Carbonsäureanhydrid- oder Hydroxygruppen enthaltenden Monomeren oder durch Copolymerisation aus einem Olefin und einem Carbonsäure-, Carbonsäureester-, Carbonsäureanhydrid- oder Hydroxygruppen enthaltenden Monomer.

8. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß das Wachs einen Tropfpunkt zwischen 60 und 180°C, vorzugsweise zwischen 80 und 140°C, hat. 5
9. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass das wachsartige Polymer ein thermoplastisches Polyester-, Epoxid-, Styrol-Acrylat-Copolymer-, Styrol-Butadien-Copolymer- oder ein Cycloolefin-Copolymer-Harz ist. 10
10. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß das organische Pigment in Mengen von 50 bis 99 Gew.-%, vorzugsweise 60 bis 95 Gew.-%, und das Wachs oder Polymer in Mengen von 1 bis 50 Gew.-%, vorzugsweise 5 bis 40 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des Pigmentgranulats, eingesetzt wird. 15 20
11. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß der Finishprozess bei einer Temperatur von 20 bis 200°C, vorzugsweise 60 bis 180°C, durchgeführt wird. 25
12. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß das organische Medium des Finishprozesses n-Butanol, Isobutanol, n-Octanol, Isooctanol, Benzol, Toluol, Xylol, Kresol, Chlorbenzol, 1,2-Dichlorbenzol, Ethylacetat, Butylacetat, Methylethylketon, Methylisobutylketon, Cyclohexanon, N-Methylpyrrolidon, Dimethylsulfoxid oder Sulfolan ist. 30 35
13. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass vor oder während des Finishprozesses ein Tensid zugegeben wird. 40

45

50

55

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**